

# PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : **08-067524**

(43)Date of publication of application : **12.03.1996**

(51)Int.Cl.

**G03B 37/018**  
**G02B 6/00**

(21)Application number : **06-202092**

(71)Applicant : **SUMITOMO ELECTRIC IND LTD**

(22)Date of filing : **26.08.1994**

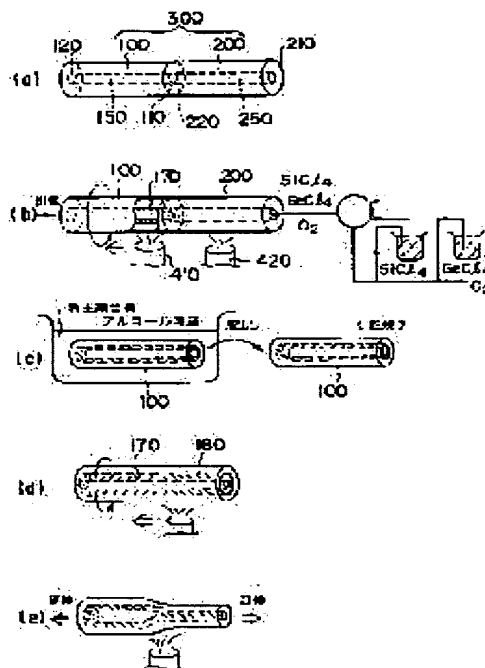
(72)Inventor : **ONISHI MASASHI**  
**FUKUDA CHIE**  
**KANAMORI HIROO**

## (54) PRODUCTION OF PREFORM OF OPTICAL FIBER

### (57)Abstract:

**PURPOSE:** To stably obtain a porous glass layer having a given bulk density in a short time by separately installing heating means for oxidation promotion of a chloride gas and a means for soot piling in production of an optical fiber preform by MCVD method.

**CONSTITUTION:** For example, an end face 110 of a glass pipe 100 consisting essentially of quartz is connected to an end face 220 of a dummy pipe 200 consisting essentially of quartz to form a pipe 300. Then, excessive O<sub>2</sub> in a fixed flow rate is added to a gas generated by bubbling SiCl<sub>4</sub> and GeCl<sub>4</sub> in a fixed flow rate, respectively to evolve a raw material gas, which is introduced from the end face 210 side to the hollow part of the pipe 300. The pipes 200 and 100 are heated by the oxyhydrogen burners 420 and 410 while rotating the pipe around its central shaft as the center. The burner 410 is arranged to heat the vicinity of the end face 110 at first and then traversed to the downstream side with respect to the gas flow. The introduced raw material gas is thermally excited and oxidized in a hollow part 250 and formed soot is piled and baked and solidified in a hollow part 150.



## LEGAL STATUS

[Date of request for examination] 21.09.2000

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number] 3517848

[Date of registration] 06.02.2004

[Number of appeal against examiner's decision]

of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's  
decision of rejection]

[Date of extinction of right]

Copyright (C); 1998,2003 Japan Patent Office

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開平8-67524

(43) 公開日 平成8年(1996)3月12日

(51) Int.Cl. <sup>6</sup>	識別記号	庁内整理番号	F I	技術表示箇所
C 0 3 B 37/018	B			
G 0 2 B 6/00	3 5 6 A			

審査請求 未請求 請求項の数 6 O L (全 6 頁)

(21) 出願番号 特願平6-202092

(22) 出願日 平成6年(1994)8月26日

(71) 出願人 000002130

住友電気工業株式会社

大阪府大阪市中央区北浜四丁目5番33号

(72) 発明者 大西 正志

神奈川県横浜市栄区田谷町1番地 住友電気工業株式会社横浜製作所内

(72) 発明者 福田 智恵

神奈川県横浜市栄区田谷町1番地 住友電気工業株式会社横浜製作所内

(72) 発明者 金森 弘雄

神奈川県横浜市栄区田谷町1番地 住友電気工業株式会社横浜製作所内

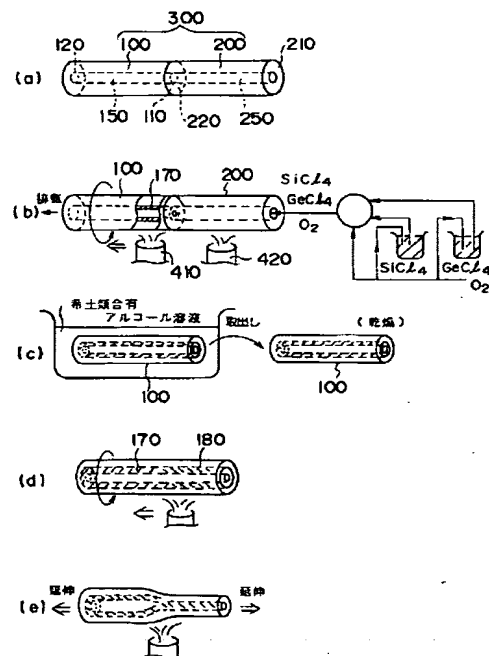
(74) 代理人 弁理士 長谷川 芳樹 (外3名)

(54) 【発明の名称】 光ファイバ母材の製造方法

(57) 【要約】

【目的】 量産性の良い、良質の光ファイバ母材の製造方法を提供する。

【構成】 石英を主成分とするガラスパイプ300の第1の端面210側から複数の種類の塩化物ガスと酸素ガスとから成る原料ガスをガラスパイプの中空部へ導入しながら加熱し、塩化物ガスを酸化しながら微粒子状のスートを生成するとともにガラスパイプの内表面にスートを焼き固めて堆積する内付け工程で、塩化物ガスの酸化にあたって酸化促進のための第1の加熱手段420とスート堆積を行う第2の加熱手段410とを別個に設ける。



## 【特許請求の範囲】

【請求項1】 石英を主成分とするガラスパイプの第1の端面側から複数の種類の塩化物ガスと酸素ガスとから成る原料ガスを前記ガラスパイプの中空部へ導入する第1の工程と、

第1の加熱手段により前記ガラスパイプの第1の部分を加熱して、塩化物ガスの酸化反応を促進してスート状の酸化物を生成する第2の工程と、

第2の加熱手段により前記原料ガスの導入方向に対して前記第1の部分の下流側に位置する前記ガラスパイプの第2の部分を加熱して、前記塩化物ガスの酸化を行うとともに前記ガラスパイプの前記第2の部分の内表面に付着したスートを焼き固めて多孔質ガラス層を堆積する第3の工程と、

を備えることを特徴とする光ファイバ母材の製造方法。

【請求項2】 前記第1の加熱手段は第1の酸水素バーナであり、前記第2の加熱手段は第2の酸水素バーナである、ことを特徴とする請求項1記載の光ファイバ母材の製造方法。

【請求項3】 前記第1の加熱手段による加熱によって、前記ガラスパイプの前記第1の部分の中空部は1500℃以上の温度に設定される、ことを特徴とする請求項1記載の光ファイバ母材の製造方法。

【請求項4】 前記ガラスパイプの前記第2の部分は光ファイバ化後にクラッドとなるべき部分であり、前記ガラスパイプの前記第1の部分は前記第2の部分に付加されたダミーパイプである、ことを特徴とする請求項1記載の光ファイバ母材の製造方法。

【請求項5】 前記ガラスパイプの前記第2の部分の内表面に堆積された多孔質ガラス層のかさ密度は0.1g/cm<sup>3</sup>以上かつ0.4g/cm<sup>3</sup>以下である、ことを特徴とする請求項1記載の光ファイバ母材の製造方法。

【請求項6】 前記ガラスパイプは外径が30mm以下であり、かつ、内径が5mm以上である、ことを特徴とする請求項1記載の光ファイバ母材の製造方法。

## 【発明の詳細な説明】

【0001】

【産業上の利用分野】本発明は、光ファイバ母材の製造方法に関するものである。

【0002】

【従来の技術】コアに希土類元素などが添加された光ファイバの作成で使用される光ファイバ母材の製造方法として、コアとなるべき部分に希土類などの添加が容易なMCVD法（内付け法とも呼ばれる）が知られている。図6は、従来から使用されているMCVD法による光ファイバ母材の製造工程図であり、石英ガラスからなるクラッドとなるべき部分と、石英ガラスにGeO<sub>2</sub>、およびErが添加されたコアとなるべき部分とを備える光ファイバ母材の製造方法を例示している。

【0003】この光ファイバの製造方法では、まず、石

英ガラスからなるガラスパイプ910を用意する（図6（a）参照）。次に、ガラスパイプ910を回転しながらガラスパイプ910の端面911からガラスパイプ910の中空部915へSiCl<sub>4</sub>ガス、GeCl<sub>4</sub>ガスおよびO<sub>2</sub>ガスを導入する。これらの原料ガスの導入と相前後してバーナ950をガラスパイプ910に沿ってトラバースさせながらガラスパイプ910を加熱する。この加熱に伴って中空部915の温度が上昇し、中空部915ではSiCl<sub>4</sub>、およびGeCl<sub>4</sub>が酸化されて微粒子状のスートが生成されてガラスパイプ910の内表面に堆積され焼き固められて多孔質ガラス層920が形成される（図6（b）参照）。引き続き、液浸法によりErが多孔質ガラス層920を添加して乾燥させる（図6（c）参照）。

【0004】この後、ガラスパイプ910を加熱して多孔質ガラス層920を透明化して透明ガラス層930を形成する（図6（d）参照）。引き続き、ガラスパイプ910を延伸して中実化して光ファイバ母材を得る（図6（e）参照）。

【0005】

【発明が解決しようとする課題】従来のMCVD法による光ファイバの製造は上記のように行われるが、ガラスパイプ内表面に堆積されるスートのかさ密度は0.1～0.4g/cm<sup>3</sup>が好ましい。希土類元素やAlなどを液浸法で添加した場合、①スートのかさ密度が0.1g/cm<sup>3</sup>未満であれば、堆積したスートが柔らかすぎて乾燥時もしくは透明化時に「ハガレ」が生じやすい。また、②スートのかさ密度が0.4g/cm<sup>3</sup>よりも高ければ、スートの密度が高すぎて希土類が十分に添加されない。

【0006】一方、スートのかさ密度を0.1～0.4g/cm<sup>3</sup>となる温度にガラスパイプの中空部の温度を設定すると塩化物ガスが酸化はするが反応速度が遅いため、所望の厚さにスートを堆積するにあたって長時間を要する。また、こうした温度環境化では酸化反応が十分に進まないため堆積する多孔質ガラス層の質としても好ましいものが得られない。酸化反応を促進するためにガラスパイプの中空部の温度を上昇させると、多孔質ガラス層のかさ密度が0.4g/cm<sup>3</sup>よりも高くなり、場合によっては透明化してしまう。こうした傾向は、パイプの内表面積が小さい細径パイプ（内径12mm以下）で顕著である。

【0007】本発明は、上記を鑑みてなされたものであり、良質の光ファイバ母材の製造方法を提供することを目的とする。

【0008】

【課題を解決するための手段】本発明の光ファイバ母材の製造方法は、（a）石英を主成分とするガラスパイプの第1の端面側から複数の種類の塩化物ガスと酸素ガスとから成る原料ガスをガラスパイプの中空部へ導入する

第1の工程と、(b)第1の加熱手段によりガラスパイプの第1の部分加熱して、塩化物ガスの酸化反応を促進してスート状の酸化物を生成する第2の工程と、

(c)第2の加熱手段により原料ガスの導入方向に対して第1の部分の下流側に位置するガラスパイプの第2の部分加熱して、塩化物ガスの酸化を行うとともにガラスパイプの第2の部分の内表面に付着したスートを焼き固めて多孔質ガラス層を堆積する第3の工程と、を備えることを特徴とする。

【0009】ここで、第1の加熱手段は第1の酸水素バーナであり、第2の加熱手段は第2の酸水素バーナである、ことが好適である。

【0010】また、第1の加熱手段による加熱によって、ガラスパイプの第1の部分の中空部は1500℃以上の温度に設定されることを特徴としてもよい。

【0011】また、ガラスパイプの第2の部分の内表面に堆積された多孔質ガラス層のかさ密度は0.1g/cm<sup>3</sup>以上かつ0.4g/cm<sup>3</sup>以下であることを特徴としてもよい。

【0012】なお、本発明の光ファイバの製造方法は、ガラスパイプは外径が30mmであり、かつ、内径が5mm以上である場合に効果的である。

【0013】

【作用】本発明の光ファイバの製造方法によれば、石英を主成分とするガラスパイプの第1の端面側から複数の種類の塩化物ガスと酸素ガスとから成る原料ガスをガラスパイプの中空部へ導入しながら加熱し、塩化物ガスを酸化しながら微粒子状のスートを生成するとともにガラスパイプの内表面にスートを焼き固めて堆積する内付け工程で、塩化物ガスの酸化にあたって酸化促進のための第1の加熱手段とスート堆積を行う第2の加熱手段とを別個に設ける。そして、①第1の加熱手段は原料ガス導入端の付近のガラスパイプの第1の部分加熱するため設置され、②第2の加熱手段は、原料ガスの流れ方向に関して第1の部分の下流側に位置するスート堆積を行うべきガラスパイプの第2の部分加熱する。加熱手段としては酸水素バーナが実用的であるが、この場合は、第1の加熱手段である第1の酸水素バーナは位置固定されて設置され、第2の加熱手段である第2の酸水素バーナは、ガラスパイプの第2の部分に沿って往復するように可動に設置される。

【0014】ガラスパイプの第1の端から導入された原料ガスは、まずガラスパイプの第1の部分に至る。ガラスパイプの第1の部分の中空部は第1の加熱手段によって加熱されており、原料ガスは熱励起(一部は酸化)される。なお、本発明のように石英ガラスを主材とするガラスパイプの内表面に堆積するスートは石英ガラスに添加酸化物(GeO<sub>2</sub>, B<sub>2</sub>O<sub>3</sub>など)が加わった材料とすることが一般的であり、こうした材料からなるスートを原料ガス(GeCl<sub>4</sub>, BCl<sub>3</sub>など)の酸化の促進

にあたってはガラスパイプの第1の部分の中空部の温度は通常1500℃以上であることが好ましい。

【0015】第1の部分で熱励起された原料ガスは、ガス流方向に移動してガラスパイプの第2の部分に至り、更に移動して第2の加熱手段で加熱された加熱部分に至る。また、この加熱部分よりもガス流方向に関して上流で酸化されて生成された微粒子状のスートの一部が加熱部分の内表面に堆積するとともに、加熱部分の内表面付近の原料ガスが酸化されて生成された微粒子状のスートが加熱部分の内表面に堆積する。こうして堆積されたスートは、第2の加熱手段によって加熱され、焼き固められて多孔質ガラス層となる。このとき、第2の加熱手段の温度調節により、多孔質ガラス層のかさ密度は0.1g/cm<sup>3</sup>~0.4g/cm<sup>3</sup>に制御される。

【0016】なお、第2の加熱手段に酸水素バーナを使用した場合には、加熱温度は酸水素バーナに供給される酸素および水素の量で調整される。またガラスパイプをその中心軸を中心に回転させながら酸水素バーナをガス流方向にトラバースすることにより、順次、スートを焼き固めてガラスパイプの第2の内表面全体にわたって多孔質ガラス層を形成する。

【0017】次に、ガラスパイプを加熱して多孔質ガラスを透明化する。引き続き、ガラスパイプをガラス軟化点まで加熱後に延伸して中実化を実施する。なお、必要であれば、透明化に先立って液侵法などにより多孔質ガラス層に希土類元素などを添加物を添加する。こうして、光ファイバ母材を得る。

【0018】なお、出発材のガラスパイプとしては、光ファイバ母材の製造工程や後工程である線引き時の加熱の均一性および容易性の観点から外径が30mm以下のものが好適であり、原料ガスのスムーズな移動の観点から内径が5mm以上のものが望ましい。

【0019】

【実施例】以下、添付図面を参照しながら、本発明の光ファイバ母材の製造方法の一実施例を説明する。なお、図面の説明にあたっては同一の要素には同一の符号を付し、重複する説明を省略する。

【0020】図1および図2は、実施例に係る光ファイバ母材の製造方法の製造工程図である。本実施例の光ファイバ母材の製造方法では、まず、外径=21mm、内径=8mm、長さ=200mmの石英を主材とするガラスパイプ100と、外径=21mm、内径=8mm、長さ=300mmの石英を主材とするダミーパイプ200を用意する。そして、ガラスパイプ100の端面110とダミーパイプ200の端面220とを接続して一体化し、パイプ300を形成する(図1(a))。

【0021】次に、バブラ温度=35℃の環境下、SiCl<sub>4</sub>を流量=80cc/minのO<sub>2</sub>でバブリングするとともに、GeCl<sub>4</sub>を流量=350cc/minのO<sub>2</sub>でバブリングする。こうしたバブリングで発生した

ガスに、更に流量=400cc/minの余剰O<sub>2</sub>を加えて原料ガスを発生し、この原料ガスが端面210側からパイプ300の中空部に導入される。原料ガスの導入とともに、パイプ300をその中心軸を中心として回転しながら、酸水素バーナ420でダミーパイプ200を加熱し、酸水素バーナ410でガラスパイプ100を加熱する。酸水素バーナ410は、当初は端面110付近を加熱するように設置され、その後、ガス流に関して下流側にトラバースされる。

【0022】ダミーパイプの端面210から導入された原料ガスは、まず、酸水素バーナ420で加熱されて1500℃以上に設定された中空部250で熱励起（一部は酸化）される。図2は、酸水素バーナ420の加熱時のダミーパイプ200の外表面の温度とダミーパイプ200の中空部250の温度との関係を示すグラフである。図2に示すように、中空部250の温度を1500℃とするには、ほぼ外表面の温度を1700℃以上に設定すればよいことがわかる。なお、外表面の温度と中空部の温度との関係はダミーパイプの肉厚によって変化するが、使用するダミーパイプに関して図2に相当する関係

を一度求めればよい。

【0023】中空部250で熱励起された原料ガスおよび中空部250で酸化されて生成された微粒子状のスートは、ガス流方向に移動してガラスパイプ100の中空部150に至り、更に移動して酸水素バーナ410で加熱された加熱部分に至る。また、この加熱部分よりもガス流方向に関して上流で酸化されて生成された微粒子状のスートの一部が加熱部分の内表面に堆積するとともに、加熱部分の内表面付近の原料ガスが酸化されて生成された微粒子状のスートが加熱部分の内表面に堆積する。こうして堆積されたスートは、酸水素バーナ410によって加熱され、焼き固められて多孔質ガラス層170となる。このとき、酸水素バーナ410への酸素および水素の供給量の調整による温度調節により、多孔質ガラス層170の密度は0.1g/cm<sup>3</sup>～0.4g/cm<sup>3</sup>に制御される。酸水素バーナ410のトラバースにともない、順次、多孔質ガラス170が形成される（図1(b)）。

【0024】引き続き、ガラスパイプ100とダミーパイプ200とを分離し、多孔質ガラス170が形成されたガラスパイプ100を希土類元素を含まれたアルコール溶液に浸した後に乾燥させる（図1(c)）。

【0025】次いで、ガラスパイプ100を加熱して多孔質ガラス170を透明化する（図1(d)参照）。引き続き、ガラスパイプ100をガラス軟化点まで加熱後に延伸して中実化を実施する（図1(e)参照）。こうして、光ファイバ母材を得る。

【0026】図3は、上記の実施例の光ファイバ母材の製造方法で製造した光ファイバ母材のコアとなるべき部分の特性値の酸水素バーナ410によって直接加熱にさ

れるガラスパイプ100の外表面の温度および酸水素バーナ420によって直接加熱にされるダミーパイプ200の外表面の温度との関係を示すグラフである。図3

(a)は特性値がコアとなるべき部分の中実化後の径であり、図3(b)は特性値が多孔質ガラス層のかさ密度である。また、図4は、酸水素バーナを1つ使用した従来法で作成した比較例の光ファイバ母材における、コアとなるべき部分の特性値の酸水素バーナによって直接加熱にされるガラスパイプの外表面の温度との関係を示すグラフである。図4(a)は特性値がコアとなるべき部分の中実化後の径であり、図4(b)は特性値が多孔質ガラス層のかさ密度である。

【0027】図5は、上記の実施例の光ファイバ母材の製造方法で、原料ガスの生成にあたってのSiCl<sub>4</sub>のキャリアO<sub>2</sub>量とGeCl<sub>4</sub>のキャリアO<sub>2</sub>量との比率を一定としつつ総量を変化させた場合における、酸水素バーナ420によって加熱されたダミーパイプ200の外表面温度とコアとなるべき部分の中実化後の径との関係を示すグラフである。図5からわかるように、原料ガスの総量が多くなるほどバーナ420による酸化促進が進まず、中実化後のコアとなるべき部分の径が小さくなる傾向があることがわかる。

【0028】MCVD法による光ファイバ母材の製造にあたって、ガラスパイプに堆積される多孔質ガラス層の量は多いほど望ましく、通常、外径が15～30mm程度である光ファイバ母材では中実化後のコアとなるべき部分の径は1mm以上であることが好適である。図3

(a)からわかるように、本実施例の光ファイバの製造方法によれば、中実化後のコアとなるべき部分の径は、かさ密度調整用の酸水素バーナ420の加熱温度に依存せず、酸化促進用の酸水素バーナ420の加熱温度でほぼ決定されることが確認される。また、中実化後のコアとなるべき部分の径を1mm以上とするには、ダミーパイプ200の中空部250の温度を1500℃以上（酸水素バーナ420により加熱されたダミーパイプ200の外表面の温度が1700℃以上）とすればよいことが確認される。一方、比較例の方法では、図4(a)から、中実化後のコアとなるべき部分の径を1mm以上とするには、酸水素バーナの加熱によるガラスパイプの外表面温度を1550℃以上に設定しなければならないことが確認される。

【0029】上記のように中実化後のコアとなるべき部分の径が1mm以上であることを確保しながら、好適な多孔質ガラス層のかさ密度=0.1～0.4g/cm<sup>3</sup>を実現するには、本実施例の製造方法では、酸水素バーナ410による加熱温度を1450～1550℃程度とすればよいことが確認される。一方、従来法では1550～1600℃の範囲に設定すればよいことがわかる。なお、1600℃はほぼ多孔質ガラス層の透明化温度であり、従来法での設定温度範囲は実際上はもっと狭める

必要がある。

【0030】すなわち、図3および図4から、従来法では好適な光ファイバ母材の製造にあたって多孔質ガラス層の形成時の加熱温度は非常に正確に制御の必要があり、歩留りの向上が困難であることが確認される。これに対して、本実施例の製造方法によれば、好適な光ファイバ母材の製造にあたって多孔質ガラス層の形成時の加熱温度に十分な幅があり、温度制御が容易である。従って、本実施例の光ファイバ母材の製造方法によれば、好適な光ファイバ母材を歩留りよく量産できる。

【0031】本発明は、上記の実施例に限定されるものではなく変形が可能である。例えば、上記の実施例では製造コストを低減する意味で上流側のバーナ加熱部ではダミーパイプをガラスパイプに接続したが、当初1本のガラスパイプから出発し、多孔質ガラス層を形成後に酸化促進用加熱部を分離してもよい。

【0032】

【発明の効果】以上、詳細に説明した通り、本発明の光ファイバ母材の製造方法によれば、原料ガスの酸化促進用の加熱手段をかき密度調節用の加熱手段とは別個に原料ガス流の上流側に設置したので、所定のかき密度の多孔質ガラス層を短時間で安定して形成可能であり、量産\*

\*性良く、良質の光ファイバ母材を製造することができる。

【0033】

【図面の簡単な説明】

【図1】本発明の光ファイバ母材の製造方法に係る実施例の光ファイバの製造工程図である。

【図2】パイプの外表面温度とパイプの中空部の温度との関係を示すグラフである。

【図3】実施例の光ファイバ母材の製造方法により製造された光ファイバ母材の特性値の加熱温度による変化を示すグラフである。

【図4】従来の光ファイバ母材の製造方法により製造された光ファイバ母材の特性値の加熱温度による変化を示すグラフである。

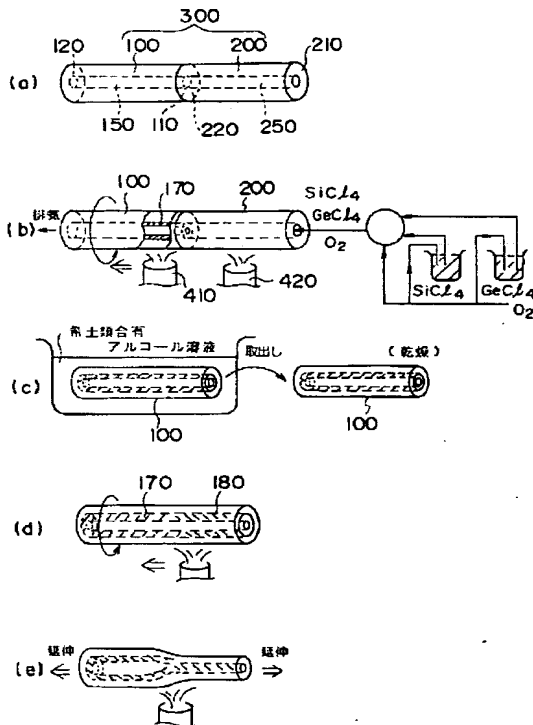
【図5】原料ガスの量による中実化後のコアとなるべき部分の径の変化を示すグラフである。

【図6】従来例の光ファイバの製造工程図である。

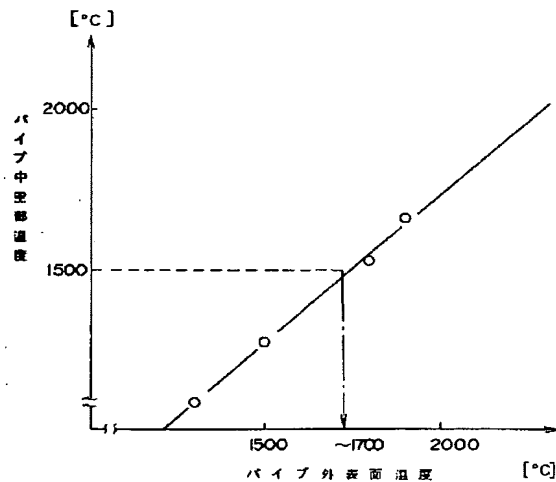
【符号の説明】

100…ガラスパイプ、110、120…端面、150…中空部、170…多孔質ガラス層、200…ダミーパイプ、210、220…端面、250…中空部、300…パイプ、410、420…酸水素バーナ。

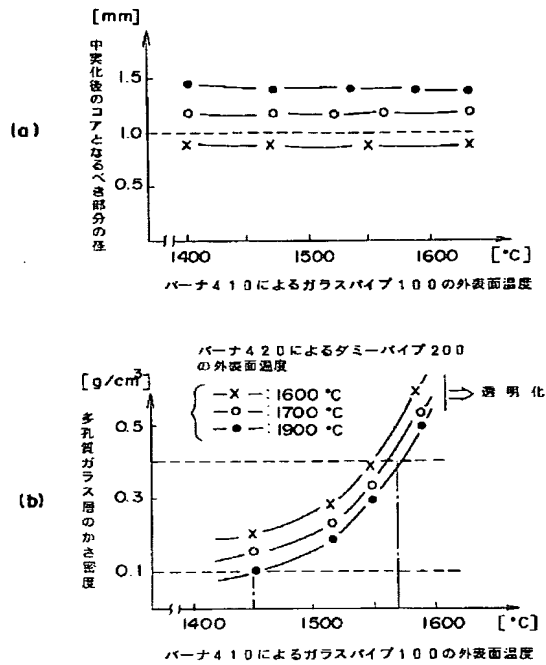
【図1】



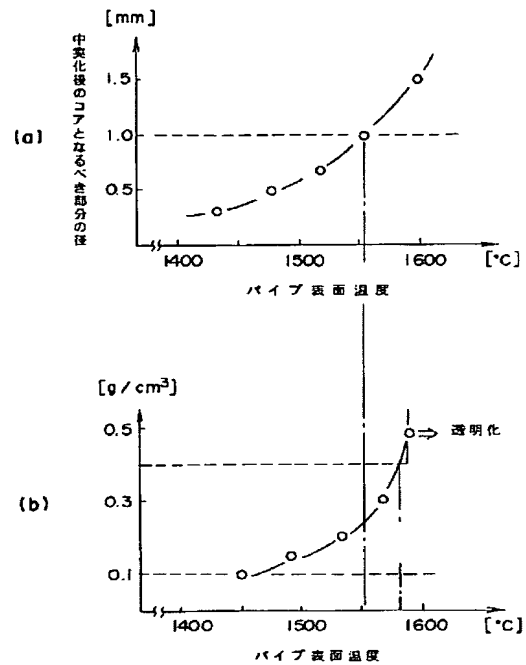
【図2】



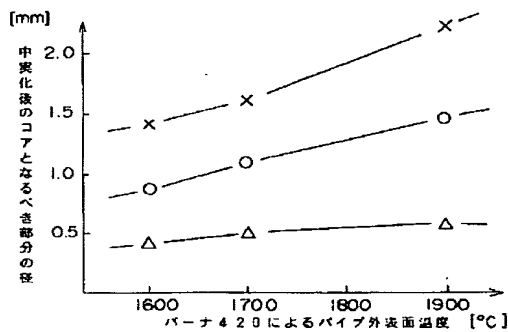
【図3】



【図4】



【図5】



&lt;条件&gt;

	[cc/min]		
	$\text{SiCl}_4/\text{O}_2$	$\text{GeCl}_4/\text{O}_2$	$\text{O}_2$
△	100	450	400
○	80	350	400
×	40	175	400

(バーナ410はかさ密度が $0.3 \text{ g/cm}^3$ となる時調節)

【図6】

